

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini mulai dilaksanakan pada bulan September 2012 sampai dengan bulan Februari 2013, bertempat di Laboratorium Fisika Material, Laboratorium Bio Massa, Laboratorium Kimia Instrumentasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Sedangkan karakterisasi sampel dilakukan di Laboratorium Biomassa Unila, UII Yogyakarta, dan ITS Surabaya.

B. Alat dan Bahan Penelitian

1. Alat Penelitian

Adapun alat- alat yang digunakan dalam preparasi sampel ini adalah: gelas ukur, labu ukur 100 mL, *beaker glass*, corong kaca, labu Erlenmeyer, kompor listrik, spatula, pipet tetes, cawan tahan panas, kertas saring, kertas *tissue*, mortar dan pastel, timbangan, *stirer*, pengayakan dengan diameter 180 μm , penekan hidrolik, *furnace*, SAA (*Surface Analyzer Area*) dengan metode BET (*Brunaur, Emmet, Teller*), XRD (*X-Ray Diffractometer*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) yang telah dilengkapi dengan EDS, GC-MS, seperangkat alat uji aktivitas sebagai katalis.

2. Bahan Penelitian

Adapun bahan-bahan akan digunakan dalam penelitian pembuatan komposit MgO-SiO₂ ini adalah: sekam padi, silika *sol*, akuades, larutan KOH 1,5% sebagai media ekstraksi, larutan HCl 10%, Magnesium Nitrat (Mg(NO₃)₂.6H₂O) dan minyak kelapa.

C. Preparasi Sampel

1. Preparasi Sekam Padi

Sebelum melakukan preparasi, terlebih dahulu membersihkan sekam padi yang diperoleh dari pabrik penggilingan padi yang berasal dari Kabupaten Tanggamus. Selanjutnya mencuci sekam padi hingga bersih dengan menggunakan air dan merendamnya selama 1 jam. Lalu membuang sekam padi yang mengapung di permukaan dan mengambil sekam padi yang tenggelam untuk menggunakannya dalam percobaan selanjutnya. Memasukkan sekam padi ke dalam air panas dan merendamnya selama 6 jam, hal ini dimaksudkan agar kotoran-kotoran (zat organik) yang larut dalam air seperti batang padi, tanah, pasir, debu, dan zat-zat pengotor lainnya dapat terlepas dari sekam padi. Setelah itu, meniriskan sekam padi dan mengeringkannya dengan menggunakan sinar matahari selama ± 2 hari. Meratakan sekam padi selama proses penjemuran agar kering secara menyeluruh.

2. Ekstraksi Silika Sekam Padi

Sekam padi yang telah dicuci dan dikeringkan, selanjutnya diekstraksi dalam larutan KOH 1,5%. dengan cara memasukkan 50 gram sekam padi ke dalam

beaker glass, kemudian memberi larutan KOH 1,5% sebanyak 500 mL hingga sekam terendam seluruhnya untuk mendapatkan silika terlarut. Mendidihkan sekam padi yang telah terendam larutan KOH 1,5% hingga 100°C menggunakan kompor listrik dengan daya 300 Watt selama 30 menit. Tahap selanjutnya adalah memisahkan ampas sekam padi dari ekstrak sekam menggunakan corong *Bucher*, untuk memperoleh hasil ekstraksi yang berupa filtrat silika yang terlarut. Kemudian menutup filtrat silika yang dihasilkan dengan menggunakan aluminium foil dan mendinginkan filtrat silika selama 24 jam, tahap inilah yang biasa disebut dengan penuaan (*aging*).

Selanjutnya, menuangkan 50 mL silika *sol* ke dalam *beaker glass*, selanjutnya mengasamkan filtrat dengan menambahkan 25 mL HCl 10% sedikit demi sedikit menggunakan pipet tetes sehingga terbentuk silika gel. Selanjutnya mendinginkan silika *gel* yang didapat selama 24 jam agar terjadi proses penuaan (*aging*). Setelah melalui tahap *aging*, didapatlah *gel* yang berwarna coklat kehitam-hitaman, kemudian mencuci silika *gel* dengan menggunakan air hangat dan pemutih untuk mendapatkan silika *gel* berwarna putih, proses ini disebut dengan proses *bleaching*. Tahap selanjutnya menyaring silika *gel* hasil pencucian dengan menggunakan kertas saring dan dengan bantuan alat vakum, hal ini dilakukan agar proses penyaringan tidak membutuhkan waktu yang lama. Kemudian menimbang silika *gel* menggunakan neraca untuk mengetahui massa sebelum dipanaskan. Mengeringkan silika *gel* dengan menggunakan *furnace* pada suhu pemanasan 110 °C selama 5 jam, untuk memperoleh silika dalam bentuk padat. Selanjutnya menimbang silika padat menggunakan neraca untuk selanjutnya dibuat *sol* silika.

3. Pembuatan Larutan Magnesium Nitrat Heksahidrat ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

Pada pembuatan larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ini, bahan-bahan yang digunakan adalah sebagai berikut $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan pelarut bebas ion (akuades). Pembuatan larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan cara menghidrolisis magnesium nitrat heksahidrat $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan menggunakan akuades sebanyak 75 mL kemudian *distirrer*. Setelah larutan ini terbentuk diproses ke tahap selanjutnya yaitu proses *sol-gel* MgO-SiO_2 .

4. Pembuatan komposit MgO-SiO_2 Dengan Metode *Sol-Gel*.

Pembuatan komposit MgO-SiO_2 dalam penelitian ini menggunakan metode *sol-gel* dengan variasi komposisi MgO-SiO_2 yaitu 1:1, 1:2, 1:3, 1:4, 1:5, dan 1:10. Mencampurkan larutan bikomponen magnesium nitrat yang diperoleh dengan silika yang terlarut pada filtrat (*sol*). Proses ini disebut dengan pengasaman yang dilakukan agar larutan yang diperoleh bersifat netral, hal ini dapat dikatakan netral apabila telah terjadi endapan yang berupa *gel*. *Gel* ini diidentifikasi sebagai MgO-SiO_2 *gel*. Memanaskan MgO-SiO_2 *gel* yang diperoleh dengan menggunakan oven pada suhu 110 °C selama 24 jam sampai membentuk bubuk MgO-SiO_2 . Setelah itu, menghaluskan MgO-SiO_2 dengan menggunakan mortar dan pastel, menyaring sampel dengan menggunakan ayakan berdiameter 180 μm , agar didapat butiran yang lebih halus.

5. *Pressing* Komposit MgO-SiO_2

Sampel MgO-SiO_2 yang masih berupa bubuk kemudian dijadikan bentuk pellet. Sampel yang telah melewati proses preparasi kemudian dilakukan pemadatan atau

pencetakan dengan alat *pressing*, dengan tujuan untuk merubah bentuk sampel dari bubuk menjadi padatan. Sampel ditimbang dengan berat masing-masing sampel sebanyak 1,5 gram. Alat yang digunakan dalam proses *pressing* adalah penekanan (hidrolik) yang dapat diatur besar tekanannya. Dalam sampel uji dilakukan penekanan sebesar 0,05 GPa dengan diameter 1,903 cm.

Langkah- langkah yang dilakukan dalam proses *pressing* adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel dan alat *pressing*.
2. Memasukkan sampel ke dalam cetakan *pressing* yang terbentuk silinder.
3. Mengunci alat press dengan memutar skrup.
4. Melakukan pemompaan untuk menentukan berat beban sebesar 0,05 GPa.
5. Memutar skrup untuk membuka alat cetak.
6. Memompa tuas untuk mengeluarkan *pellet*.

6. Sintering Komposit MgO-SiO₂

Proses sintering dilakukan dengan menggunakan tungku pembakaran (*furnace*) listrik yang dapat diatur sesuai dengan yang diinginkan. Suhu yang digunakan dalam proses sintering ini adalah 700 °C dengan suhu kenaikan selama ± 8 jam dan suhu penahan selama 3 jam. Sintering dapat meningkatkan kekuatan bahan karena pada saat sintering terjadi pertumbuhan butiran dan butiran tersebut melebur menjadi satu.

Langkah-langkah yang dilakukan dalam proses sintering adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan disintering.
2. Memasukkan sampel ke dalam tungku pembakaran.
3. Menghubungkan aliran listrik dengan tungku pembakaran.

4. Memutar saklar pada posisi “ON” untuk menghidupkan tungku.
5. Mengatur suhu yang diinginkan dengan kenaikan 3°/menit dan pada puncaknya ditahan selama 6 jam.
6. Memutar saklar pada posisi “OFF” setelah proses sintering selesai.
7. Mengeluarkan sampel dari tungku pembakaran.
8. Memutuskan aliran listrik dari tungku pembakaran.

D. Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan pada sampel yang telah disintering pada suhu 700 °C. Terdapat 3 macam karakteristik yang digunakan yaitu BET (*Brunaur, Emmet, Teller*), XRD (*X-Ray Diffractometer*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*) yang telah dilengkapi dengan EDS, dan Uji Aplikasi Katalis meliputi GC-MS, persen konversi dan viskositas biodiesel.

1. Analisis Komposit MgO-SiO₂ Dengan Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Dalam penelitian ini, yang dilakukan adalah untuk menganalisis apakah komposisi bahan dasar pembentukan senyawa setelah disintering telah memperoleh hasil yang akan diinginkan dari proses pembentukan komposit MgO-SiO₂ yang berbasis silika sekam padi dan juga dilakukan untuk analisis atau identifikasi puncak difraksi serta bagaimana analisis struktur kristal dari bahan uji. Langkah-langkah yang dilakukan dalam penggunaan alat XRD dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan dua sampel yang akan dianalisis, yaitu satu sampel terbaik dan satu sampel tak baik dengan suhu sintering 700°C kemudian direkatkan pada kaca dan dipasang pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sampel holder*) dengan bantuan lilin perekat.
2. Memasangkan sampel yang telah disimpan pada *sampel holder* kemudian meletakkannya pada *sampel stand* dibagian goniometer.
3. Memasukan parameter pengukuran pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan *scan* cuplikan, memberikan nama cuplikan dan member nomor *file* data.
4. Mengoperasikan alat difraktometer dengan perintah “*Start*” pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target $\text{CuK}\alpha$ dengan panjang gelombang $1,5406 \text{ \AA}$.
5. Mengamati hasil difraksi pada monitor computer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dan dapat printer (cetak).
6. Mengambil sampel dari *sampel holder* setelah pengukuran cuplikan selesai.

2. Analisis Komposit MgO-SiO_2 Dengan Menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Dari satu sampel yang terbaik yang telah melalui uji aktivasi dilakukan analisis dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)/EDS, yang bertujuan untuk mengetahui mikrostruktur dari bahan komposit MgO-SiO_2 yang berbasis silika sekam padi dengan menggunakan perbesaran 5.000X (kali) dan 20.000X (kali).

Langkah-langkah yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menyiapkan sampel yang akan dianalisis, yaitu satu sampel terbaik kemudian merekatkannya pada *specimen holder* (*Dolite, double sticky tape*).
2. Setelah itu membersihkan sampel yang sudah dipasangkan pada *holder* dengan menggunakan *hand blower*.
3. Kemudian memasukkan sampel dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis yang berupa *gold-paladium* selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400 Å.
4. Memasukkan sampel dalam *specimen chamber*.
5. Melakukan pengamatan dan pengambilan gambar layar SEM dengan mengatur perbesaran yang diinginkan yaitu perbesaran yang dilakukan adalah 2.000X (kali).
6. Menentukan *spot* untuk analisis EDS pada monitor SEM.
7. Dan proses tahap akhir adalah pemotretan gambar SEM/EDS.

3. Analisis Komposit MgO-SiO₂ Dengan Menggunakan BET (*Brunaur, Emmet, Teller*)

Dari satu sampel yang terbaik yang telah melalui uji aktivasi dilakukan analisis dengan menggunakan BET (*Brunaur, Emmet, Teller*), yang bertujuan untuk mengetahui luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori sampel yang telah dikalsinasi pada suhu 100°C. adapun langkah kerja dalam uji BET ini adalah sebagai berikut:

1. Tombol pemilih adsorbat dipastikan pada arah *tank*.
2. Gas nitrogen dari tabung dialirkan dengan memutar (berlawanan arah jarum jam) kran tabung gas.

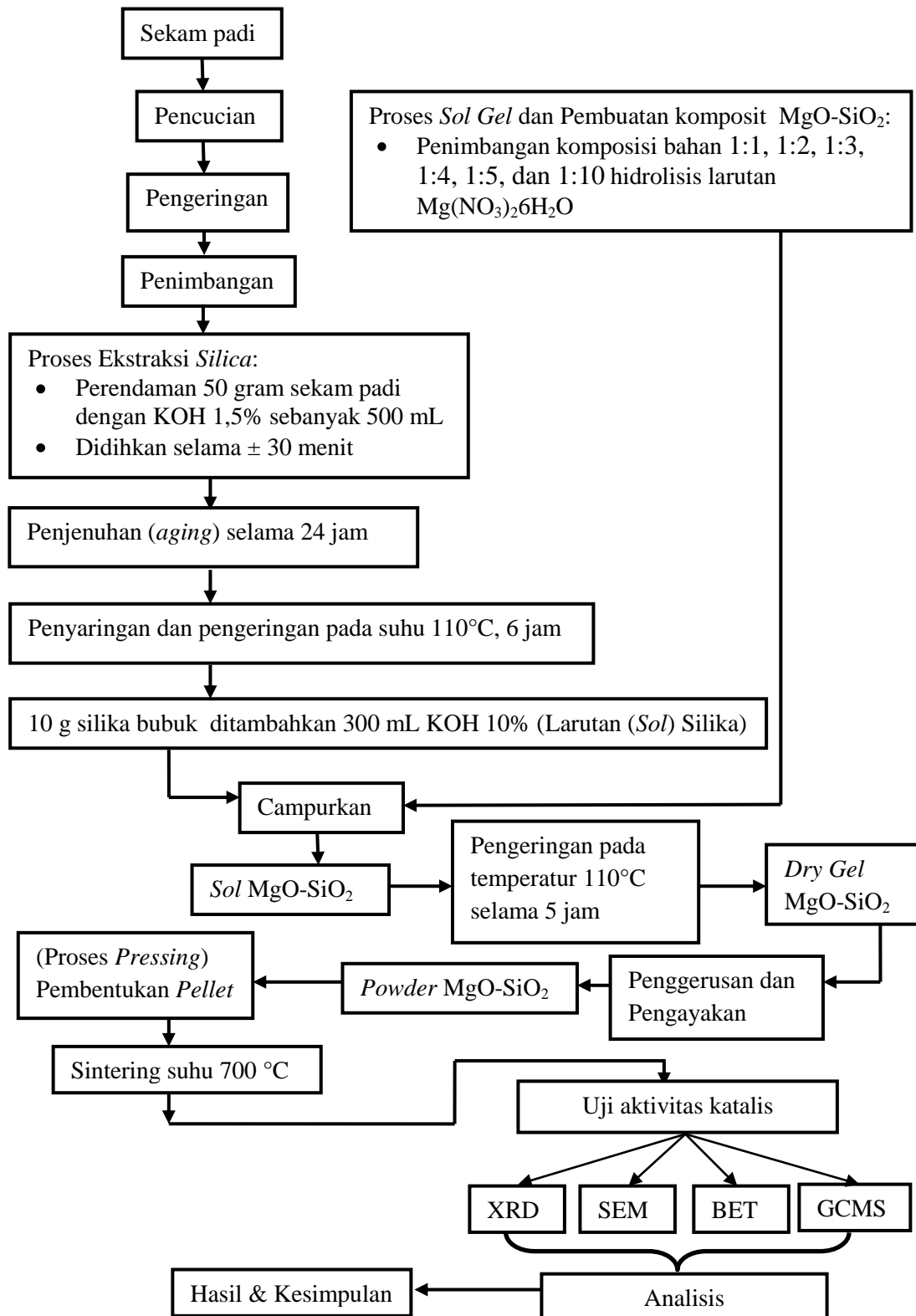
3. Listrik dihidupkan dengan menghidupkan stabilizer.
4. Pompa vacum dihidupkan dengan menekan tombol merah pada magnetic kontraktor.
5. Power alat (NOVA-1000) dihidupkan, kemudian tunggu sampai muncul menu utama pada layar LCD.
6. Pengukuran yang diinginkan dilakukan dengan mengikuti menu program pada layar LCD.

4. Uji Aplikasi Katalis

Percobaan dilakukan dengan jumlah katalis yaitu 5% yang ditambahkan ke dalam *virgin coconut oil* (VCO) atau minyak kelapa 100 mL dan metanol 25,6 mL, kemudian dilakukan pengadukan sambil direfluk selama 360 menit pada suhu $\pm 90^{\circ}\text{C}$ sebagai parameter ukur keberhasilan reaksi adalah rendemen reaksi produk yang dihasilkan. Dari serangkaian percobaan ini nisbah katalis terbaik terhadap minyak kelapa.

E. Digram Alir

Diagram alir dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian.